

## クロスジェットミルのコンタミについて —コンタミはどこまで少なくできるか—

宮地 光雄\*

### Contamination Occurring in CROSSJET Mill —How less can it be reduced?—

Mitsuo Miyaji

The CROSSJET mill is of contamination-free type, the most excellent of currently available jet mills, because of nozzle installation in opposite, only air flow through the nozzles and infrequent collision of particles with the pulverizing container wall.

The contamination depends on the grinding conditions : feed size, product size and etc.

Pure products below 5PPM can be produced by use of a ceramic rotor and body proper with rubber-lining.

#### 1. 緒言

微粉体の品質の1要素として純度がある。

純度に関して、いままでに、まとまった研究報告はなされていない。

昭和60年度新素材微粒子等の不純物混入対策に関する調査、研究補助事業として日本自転車振興会より補助金の交付をうけて(社)日本粉体工業技術協会が調査、研究を実施した報告書があるのみである。さて一般にジェットミルとよばれるものは粉碎中に発熱しないことと不純物(コンタミ)が少ないことの理由により、よく使用される。

しかしながらジェットミルの構造または原料によっては白色のものが灰色になるほどコンタミの多いものもあり一概にはコンタミが少ないといえない。クロスジェットミルは対向する粉碎ノズルによってミル中心部で粉碎し、しかもノズルの中を空気のみが通るので他の型式のジェットミルとは比較にならないほどコンタミが少ない。

粉碎原理上の長を定量的に確認するために機器の材質をかえてコンタミの程度を測定したので、ここに報告する。

ところで粉碎原料と少しでも異なるものは、すべてコンタミと考えるべきであるが、ここでは粉碎途中で処理する間に系内の機器が摩耗することより生じた金属の異物が粉碎原料中に混入したもの

をコンタミとした。すなわち、例えばシリコンウエハーの空気中での粉碎においては、その酸化物もコンタミでありウレタンゴムライニングした粉碎機ではウレタンゴムの摩耗粉もコンタミであるが、これらは無視し、金属の異物(金属元素、金属酸化物、金属窒化物など)をコンタミとした。

#### 2. 実験機

実験機はK J 50型クロスジェットミルを使用した。空気圧縮機は三井精機製スクリュ型0.9 m<sup>3</sup>/min、8.5 kg/cm<sup>2</sup>G (83.36×10<sup>4</sup>Pa)を使用し、その後に冷凍式エアドライヤとラインおよびミストフィルタを取り付けて水分油分、ダストを除去したドライエヤを粉碎ノズルに供給した。

実験はクリーンルームではなく機械工場内で行った。図1は全体のフローを、図2はミル外形を示す。ここで機器の材質について説明する。

フィーダはスクリュフィーダとテーブルフィーダを使用した。スクリュフィーダの本体は合成ゴムとステンレスでありスクリュはステンレスである。テーブルフィーダは全体をステンレスとした。ミルおよびセパレータも全体をステンレスとした。当然、粉碎ノズルおよび分級ロータもステンレスとした。機器をつなぐシュートやダクトはケミカルホースを使用した。材質ステンレスのものは酸洗いの後バフ仕上げされている。

\*機械事業部 機械技術開発室

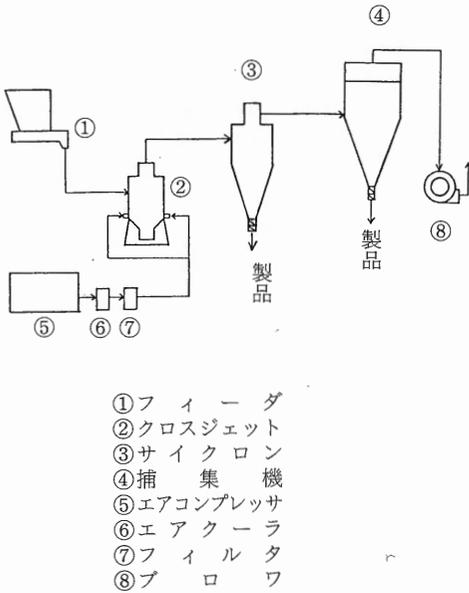


図1 フローシート

Fig. 1 Flowsheet of CROSSJET System

### 3. コンタミの測定方法

微量成分の分析には原子吸光法、吸光光度法、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分析法、ポーラログラフ法、中性子放射化分析法などが普及しているが今回は原子吸光法により分析を行った。

なお PPM オーダの測定になると一連の分析操作の中でバラツキが大きくなるため分析は住化分析センタへ依頼した。

### 4. 実験結果

粉碎実験は10数回行ったが、そのうちで特徴的な結果を得たものについて報告する。

ここに報告するものは原料の主成分が SiO<sub>2</sub> である。SiO<sub>2</sub> は一番不純物混入が生じやすくデータをとりやすいため使用した。

#### 4.1 実験1

標準材質の実験機におけるコンタミの程度を測定するため表1に示すアモルファスシリカをスクリュフィーダにてミルに供給しサイクロンで捕集した製品についてコンタミ (Fe, Ni, Cr) を求めた。表2は粉碎条件を表3は、その結果を示す。

テスト番号A-1、A-2はクロスジェットを粉碎機としてではなく分級機として使用し分級後の微粉を製品とした場合を示す。

A-1、A-2において分級粗粉のコンタミ合計は3 PPM以下であり微粉が53および56 PPMであることから分級ロータを通過するだけで約50 PPM増加したことになる。

A-4では原料は繰り返し粉碎され滞留時間がA-3の約2倍になるためコンタミ合計も約2倍になっている。またA-4では粒子はコンタミ増加量からみて5回位ロータの羽根と接触したものと推定される。図3は粉碎品の製品粒度分布である。

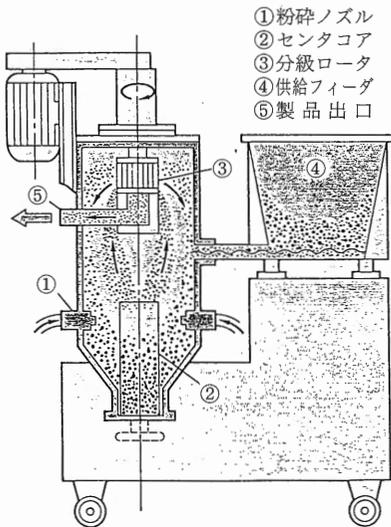


図2 クロスジェットミルの外形

Fig. 2 Outline of CROSSJET Mill

表1 実験砕料

Table 1 Tested Sample Material

原料名称	アモルファスシリカ (焼成品)
原料粒度	d <sub>50</sub> = 17.6 μm

表2 実験条件  
Table 2 Testing Conditions

テスト番号	ノズル径(mm)及個数	空気圧力(kg/cm <sup>2</sup> G)	ロータ回転数(min <sup>-1</sup> )
A-1	—	—	18000
A-2	—	—	12000
A-3	φ2×2	5	12000
A-4	φ2×2	5	18000

表3 実験結果  
Table 3 Experimental Results

テスト番号	製品粒度 d50(μm)	コンタミ合計 (PPM)
A-1	2.04	53
A-2	3.01	56
A-3	2.70	135
A-4	2.49	265

4.2 実験2

分級ロータの羽根にアルミナ製セラミックス板を接着することによりコンタミが、どれほど下がるかを調べた。

表4に示す合成シリカをスクリュフィーダにてミルに供給しサイクロンで捕集した製品についてコンタミ (Fe, Ni, Cr) を求めた。

表5は粉碎条件を表6はその結果を示す。

テスト番号B-1は標準材質のものB-2は分級ロータの羽根にアルミナ板を接着したものである。B-2はB-1の約6.6分の1に減少しているが、67PPM残っている。これは主として分級ロータの両側円板外周部分の摩耗によるコンタミと考えられる。

図4は粉碎品の製品粒度分布である。

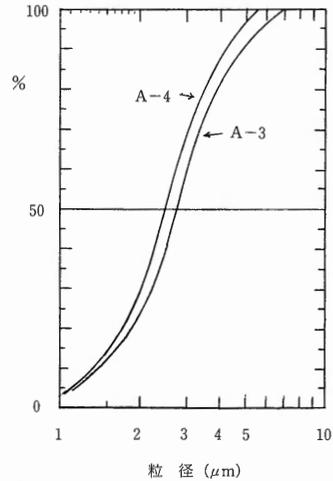


図3 アモルファスシリカ粉碎粒度  
Fig. 3 Pulverized Product Size Distributions of Amorphous Silica

表4 実験砕料  
Table 4 Tested Sample Material

原料名称	合成シリカ			
	原料粒度	+1mm ≒0	+0.5mm 1.6%	+100メッシュ 62.9%

表5 実験条件  
Table 5 Testing Conditions

テスト番号	ノズル径(mm)及個数	空気圧力(kg/cm <sup>2</sup> G)	ロータ回転数(min <sup>-1</sup> )
B-1	φ2×2	5.2	7800
B-2	φ2×2	5.4	6000

表6 実験結果  
Table 6 Experimental Results

テスト番号	製品粒度 d50(μm)	コンタミ合計 (PPM)
B-1	6.6	443
B-2	7.5	67
原料	—	4

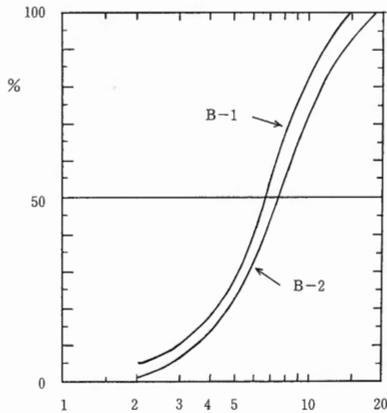


図4 合成シリカ粉碎粒度

Fig. 4 Pulverized Product Size Distributions of Silica

4.3 実験3

アルミナ製セラミックス板を羽根に接着した分級ロータを使用した時とロータ全体をウレタンゴムライニングした分級ロータを使用した時のコンタミの程度を調べるため表7に示すホワイトカーボンをテーブルフィーダにてミルに供給しサイクロンなしでバッグフィルタにて全量捕集した製品についてコンタミ (Fe、Ni、Cr、Al) を求めた。

表8は粉碎条件を表9はその結果を示す。

テスト番号C-1、C-2はアルミナ板付分級ロータによるものC-3はウレタンゴムライニングの分級ロータによるものである。C-1およびC-2からホワイトカーボンのようなものはアルミナ板を接着するだけで十分コンタミを少なくできる。C-3においてC-2より若干コンタミが多くなったのはロータ羽根の外周部エッジにてウレタンゴムがうすいため切れ母材が露出したためである。このウレタンゴムは米国テクタン社の常温硬化性吹付タイプのものである。

羽根外周エッジは、原料にこすられてライニング材が切れるため母材に丸味をつける必要がある。

実験のあとで羽根を調べてみるとゴムライニングの表面に粒子がくいこんでいるのがわかった。

このことから分級ロータにウレタンゴムライニングをする方法は耐久性から考えてセラミックス

表7 実験砕料

Table 7 Tested Sample Material

原料名称	ホワイトカーボン(球状)	
銘柄	A	B
粒度	- 2mm100% - 0.7mm50%	- 0.5mm100% - 45μm 50%

表8 実験条件

Table 8 Testing Conditions

テスト番号	ノズル径(mm)及個数	空気圧(kg/cm <sup>2</sup> G)	回転数(min <sup>-1</sup> )	銘柄
C-1	φ1.75×3	4.5	18000	A
C-2	φ1.75×3	4.5	18000	B
C-3	φ1.75×3	5.0	18000	B

表9 実験結果

Table 9 Experimental Results

テスト番号	製品粒度 d50(μm)	コンタミ合計 (PPM)
原料A	—	54
C-1	2.84	59
原料B	—	220
C-2	2.90	221
C-3	3.40	229

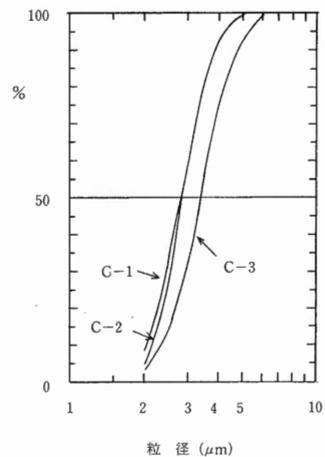


図5 ホワイトカーボン粉碎粒度

Fig. 5 Pulverized Product Size Distributions of White Carbon

板より劣ると思われる。

図5は粉碎品の製品粒度分布である。

4.4 実験4

アルミナ板付分級ロータを使用したもの、さらにその他の接粉部をアルミナ熔射したもの、アルミナ熔射のかわりにウレタンゴムライニングしたものについてコンタミがどのようになるかを調べるために表10に示す歯科用シリカをスクリュフィードにてミルに供給しサイクロンで捕集した製品についてコンタミ (Fe、Ni、Cr) を求めた。

表11は粉碎条件を表12はその結果を示す。テスト番号D-1はアルミナ板付分級ロータによるものD-2はさらに他の接粉部をアルミナ熔射したものD-3はアルミナ熔射のかわりにウレタンゴムライニングしたものである。D-2において逆にコンタミが多くなったのはアルミナ熔射が形状複雑な部分やエッジで不完全であったことや熔射面の表面にサビがういていたためである。これらはアルミナ熔射の欠点であり、どうしようもない。

粉碎後の製品はある種の樹脂と共にねりあわせるとコンタミの程度に応じて発色 (灰色化) して見える。D-3の製品は肉眼でも判別できない白色度であり樹脂にねりあわせても発色しない。

D-3につぐ白さをもつのはボールミル品である。磁器ライナおよびボールを使用して粉碎したものであるから多量の鉄分を含んでいるが酸化物であるため発色しない。

D-1およびD-2は灰色化するため不良品である。D-3の結果から接粉部をゴムライニングし分級ロータをセラミックス製にすればコンタミを5 PPM以下にできる。図6は粉碎品の製品粒度分布である。

表10 実験砕料

Table 10 Tested Sample Material

原料名称	高純度シリカ			
原料粒度	+32	+70	+100	-100
	メッシュ	メッシュ	メッシュ	メッシュ
	≒ 0	21%	58%	42%

表11 実験条件

Table 11 Testing Conditions

テスト番号	ノズル径(mm) 及 個数	空気圧力 (kg/cm <sup>2</sup> G)	回転数 (min <sup>-1</sup> )
D-1	φ2×3	7.3	9000
D-2	φ2×3	8.1	12000
D-3	φ2×3	8.0	7800

表12 実験結果

Table 12 Experimental Results

テスト番号	製品粒度 d50(μm)	コンタミ合計 (PPM)
原料	—	6(2)
D-1	4.8	51(40)
D-2	5.4	75(45)
D-3	7.5	10(6)
T (ボールミル品)	8.0	161(157)

但し、( )内はFe分のみの数値である。

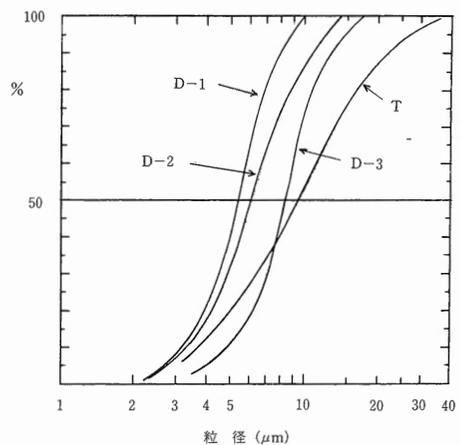


図6 高純度シリカ粉碎粒度

Fig. 6 Pulverized Product Size Distributions of Pure Silica

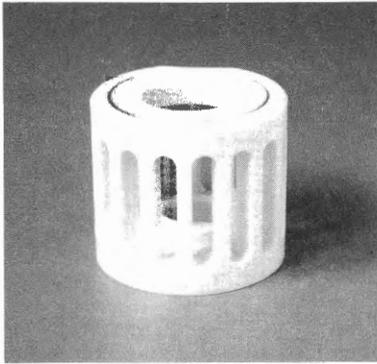


写真1 ジルコニヤ製一体成形分級ロータ (K A50)

Photo 1 Cage Wheel made of Zirconia Ceramics

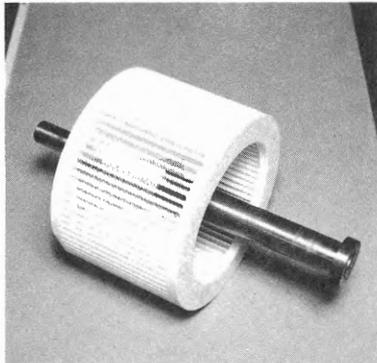


写真2 アルミナ製一体成形分級ロータ (K A250)

Photo 2 Cage Wheel made of Alumina Ceramics

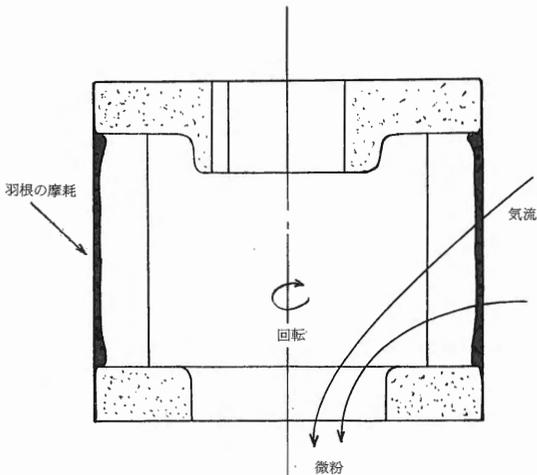


図7 分級ロータの摩耗形態

Fig. 7 Wearing Portion of Cage Wheel

### 5. まとめ

先に掲げた調査研究をみても機器の摩耗、損傷により混入する不純物が問題となる事例が圧倒的に多いことをみても、まず汚染のない粉碎機、分級機を市場に提供することが我々メーカーの課題であり本報は機器系内のどの個所で問題があるかを明らかにした。実験結果からクロスジェットミルの場合 (1) 主たるコンタミ源は分級ロータである。(2) 原料が同じ  $\text{SiO}_2$  であっても、その結晶形状や粒度によってコンタミの程度が変わる。すなわち球状化したものは少なくミル内滞留時間が長いほど (原料粒度が大きく製品粒度が小さいほど) 多くなる。(3) 分級ロータをセラミックスで一体成形した機器をプラスチック材料主体で作れば金属系コンタミを5 PPM以下にできる。

写真1 はジルコニヤ製一体成形の  $\phi 50$ ロータを、写真2 はアルミナ製一体成形の  $\phi 250$ ロータを示す。図7 は分級ロータの一般的な摩耗形状を示す。写真3 は現在稼動中のコンタミレス仕様のK J-50型ミルの外観を示す。

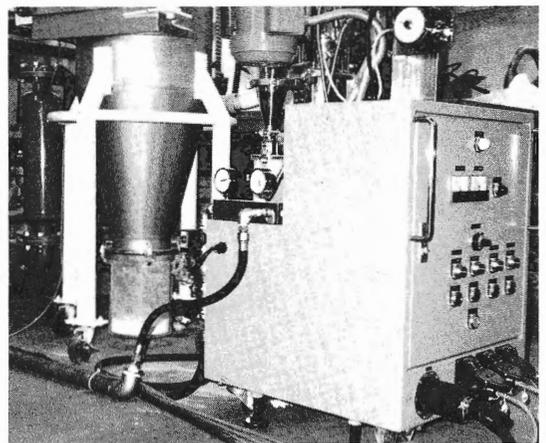


写真3 コンタミレス仕様K J50型ミル

Photo 3 Contamination-free KJ50 CROSSJET mill

参考文献

- 1) (社)日本粉体工業技術協会：新素材微粒子等の不純物混入対策に関する調査研究 昭和61年3月
- 2) (社)日本粉体工業技術協会：'87ファインセラミックス技術会議、セッション3粉体材料設計および評価技術予稿集 昭和62年3月
- 3) 宮地光雄、意願昭63-21672
- 4) 宮地光雄、意願昭63-21673

報筆者

宮地光雄

Mitsuo Miyaji

昭和35年4月入社

粉碎機の設計を経て、現在主として微粉碎機、微粉碎技術の開発に従事

